

TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS

PCT



REC'D 13 JAN 2005

WIPO

PCT

RAPPORT PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL SUR LA BREVETABILITÉ (chapitre II du Traité de coopération en matière de brevets)

UNCORRECTED
VERSION

Référence du dossier du déposant ou du mandataire		POUR SUITE À DONNER		voir formulaire PCT/IPEA/416
Demande Internationale No. PCT/FR2004/000090		Date du dépôt international (jour/mois/année) 16.01.2004		Date de priorité (jour/mois/année) 23.01.2003
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB G01N5/04				
Déposant INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE				
<p>1. Le présent rapport est le rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international en vertu de l'article 35 et transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 5 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p>3. Ce rapport est accompagné d'ANNEXES, qui comprennent :</p> <p>a. <input checked="" type="checkbox"/> un total de (envoyées au déposant et au Bureau international) 6 feuilles, définies comme suit :</p> <p style="margin-left: 20px;"><input checked="" type="checkbox"/> les feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou des feuilles contenant des rectifications autorisées par la présente administration (voir la règle 70.16 et l'instruction administrative 607).</p> <p style="margin-left: 20px;"><input type="checkbox"/> des feuilles qui remplacent des feuilles précédentes, mais dont la présente administration considère qu'elles contiennent une modification qui va au-delà de l'exposé de l'invention qui figure dans la demande internationale telle qu'elle a été déposée, comme il est indiqué au point 4 du cadre n° I et dans le cadre supplémentaire.</p> <p>b. <input type="checkbox"/> (envoyées au Bureau international seulement) un total de (préciser le type et le nombre de support(s) électronique(s)) , qui contiennent un listage de la ou des séquences ou un ou des tableaux y relatifs, déposés sous forme déchiffrable par ordinateur seulement, comme il est indiqué dans le cadre supplémentaire relatif au listage de la ou des séquences (voir l'instruction administrative 802).</p>				
<p>4. Le présent rapport contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre n° I Base de l'opinion</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° II Priorité</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre n° V Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° VI Certains documents cités</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° VII Irrégularités dans la demande internationale</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° VIII Observations relatives à la demande internationale</p>				
Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 24.06.2004		Date d'achèvement du présent rapport 14.01.2005		
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international  Office européen des brevets - P.B. 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk - Pays Bas Tél. +31 70 340 - 2040 Tx: 31 651 epo nl Fax: +31 70 340 - 3016		Fonctionnaire autorisé Hocquet, A N° de téléphone +31 70 340-2928 		

Demande internationale n°
PCT/FR2004/000090

1. En ce qui concerne la **langue**, le présent rapport est établi sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

2. En ce qui concerne les **éléments*** de la demande internationale, le présent rapport est établi sur la base des éléments suivants (les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport.) :

telles qu'initialement déposées

1-34 reçue(s) le 12.11.2004 avec lettre du 04.11.2004

1/6-6/6 **telles qu'initialement déposées**

- ☐ En ce qui concerne un listage de la ou des séquences ou un ou des tableaux y relatifs, voir le cadre supplémentaire relatif au listage de la ou des séquences.

3. ☒ Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages
☒ des revendications, nos 35-38
☐ des dessins, feuilles/fig.
☐ du listage de la ou des séquences (*préciser*) :
☐ d'un ou de tous les tableaux relatifs au listage de la ou des séquences (*préciser*) :

4. ☐ Le présent rapport a été établi abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué dans le cadre supplémentaire (règle 70.2.c)).

- ☐ de la description, pages
- ☐ des revendications, nos
- ☐ des dessins, feuilles/fig.
- ☐ du listage de la ou des séquences (*préciser*) :
- ☐ d'un ou de tous les tableaux relatifs au listage de la ou des séquences (*préciser*) :

* Si le cas visé au point 4 s'applique, certaines ou toutes ces feuilles peuvent être revêtues de la mention "remplacé".

RAPPORT PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL SUR LA BREVETABILITÉ

Demande internationale n°
PCT/FR2004/000090

Cadre n° V Déclaration motivée selon l'article 35.2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration
- | | | | |
|--|------|----------------|------|
| Nouveauté | Oui: | Revendications | 1-34 |
| | Non: | Revendications | |
| Activité inventive | Oui: | Revendications | 1-34 |
| | Non: | Revendications | |
| Possibilité d'application industrielle | Oui: | Revendications | 1-34 |
| | Non: | Revendications | |

2. Citations et explications (règle 70.7) :

voir feuille séparée

Concernant le point V

Il est fait référence aux documents suivants dans la présente notification:

- D1: US-A-5 368 391 (CROWE BENJAMIN S ET AL) 29 novembre 1994
- D2: SINGH RAMAN ET AL: "THE STABILITY OF OXIDE SCALE" MATERIALS AT HIGH TEMPERATURES, vol. 10, no. 3, 1992, pages 171-176
- D3: WO 01/34290 A (STANFORD RES INST INT) 17 mai 2001
- D4: EP-A-0 779 510 (SUN ELECTRIC UK LTD) 18 juin 1997
- D5: US-B-6 336 7411 (BLAINE ROGER L) 8 janvier 2002

- 1 Le document D2, qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit (les références entre parenthèses s'appliquent à ce document) des tests de thermogravimétrie cycliques (thermal cyclic mode operated for 15 cycles that took 35 hours) avec enregistrement continu des variations de poids et températures (figure 1 et figure 3 'lowest weight during a cycle' sur un échantillon métallique afin de déterminer son comportement d'oxydation).
 - 1.1 La revendication 1 diffère de l'enseignement de D2 par deux caractéristiques:
 - (1) le test est fait sur une pluralité d'échantillons au sein d'un même four et (2) chaque cycle comporte un palier à haute température. Ces deux caractéristiques sont indépendantes l'une de l'autre et résolvent des problèmes différents. La première augmente la productivité de l'analyse, tandis que la seconde permet une simulation plus fidèle de certains comportements (voir description page 2, ligne 20 à page 3, ligne 7 et page 11, lignes 6-13).
 - 1.2 Passer de tests sur un échantillon à des tests sur plusieurs échantillons au sein d'un même four n'implique pas d'activité inventive (article 33(3) PCT): L'homme du métier désirant augmenter la capacité d'analyse effectuerait naturellement des analyses sur une pluralité d'échantillons en parallèle (voir par exemple D3 ou D4) et le fait d'adapter les appareils de mesure de manière à utiliser un seul four relève d'une démarche normale pour la personne du métier (voir par exemple D5, figure 4 pour un exemple de four recevant deux balances, D3 page 33, dernière ligne pour la mention d'un four contenant une pluralité d'échantillons pour thermogravimétrie, D4 pour une chambre à atmosphère contrôlée contenant une pluralité de balances thermogravimétriques).
 - 1.3 Mesurer le poids durant un palier à haute température est considéré comme impliquant une activité inventive (article 33(3) PCT), et ce pour les raisons suivantes: il est connu de D1 d'utiliser lors de tests de gravimétrie des cycles

comprenant des paliers de température (D1, c 13, l 4-8). Cependant, les procédés décrits dans D1 ont pour but de caractériser la composition ou les transformations des matériaux et non leur comportement. Il n'y a pas suggestion dans D1 ni dans aucun document du Rapport de Recherche que la mesure de poids pendant un tel palier permet une évaluation plus fine et plus fiable du comportement (description page 11, lignes 6-20)

- 2 Le raisonnement effectué dans les paragraphes 1, 1.1 et 1.2 pour la revendication de procédé 1 peut être transposée à la revendication de dispositif 8. L'objet de la revendication 8 est donc nouveau (article 33(2) PCT). Les remarques suivantes s'ajoutent aux remarques des paragraphes:
 - 2.1 La revendication 8 mentionne des 'moyens de chauffage directs', mais les documents D3 ou D4 mentionnent pour chauffer une pluralité d'échantillons en parallèle soit des chauffages résistifs individuels (D3, p 29 par. 3) ou des chauffages radiatifs par laser (D4, colonne 6, lignes 34-40). Munir un appareil de thermogravimétrie de tels moyens de chauffage n'implique donc pas d'activité inventive .
 - 2.2 Par conséquent, l'objet de la revendication 8 diffère des dispositifs connus ou de variations évidentes de ces dispositifs en ce que les balances sont disposées en étoile avec les échantillons reçus en une partie centrale.
 - 2.3 Le problème à résoudre peut donc être considéré comme concevoir un arrangement dont le four présente des dimensions radiales réduites (voir description page 16, lignes 21-30 ou page 17, lignes 25-30).
 - 2.4 La solution de ce problème proposée dans la revendication 8 de la présente demande est considérée comme impliquant une activité inventive (article 33(3) PCT), et ce pour les raisons suivantes : Les dispositifs des documents D3 et D4 utilisent une pluralité de balances (membranes vibrantes dans D3, lames vibrantes dans D4 mais elles sont arrangées suivant une matrice rectangulaire, et non pas en étoile avec les échantillons au centre. Aucun des documents disponibles ne suggère l' arrangement de balances en étoile tel qu'indiqué dans la revendication 8.
- 3 Les revendications 2-7 (resp. 9-34) dépendent de la revendication 1 (resp. 8) et satisfont donc également, en tant que telles, aux conditions requises par le PCT en ce qui concerne la nouveauté et l'activité inventive.

12.11.2004

REVENDICATIONS

(102)

1/ Procédé de test par thermogravimétrie du comportement d'un matériau solide en présence d'une atmosphère gazeuse contrôlée, caractérisé en ce que :

- on place une pluralité d'échantillons (10) en présence de ladite atmosphère gazeuse au sein d'un même four (4) à atmosphère contrôlée,

- on associe chaque échantillon à une balance (38), qui lui est propre, d'erreur inférieure à 100 µg,

- on soumet les échantillons (10) à des cycles thermiques successifs prédéterminés comprenant chacun une étape de chauffage, durant laquelle on chauffe directement les échantillons, et une étape de refroidissement, durant laquelle on ne chauffe pas les échantillons,

- on mesure et on enregistre le poids de chaque échantillon de façon indépendante, en continu au moins durant un palier à haute température de l'étape de chauffage de chaque cycle thermique.

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, à chaque cycle thermique, on chauffe les échantillons (10) de sorte que leur température soit comprise entre 400°C et 1800°C au moins durant un palier à haute température de l'étape de chauffage.

3/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 2, caractérisé en ce que, à chaque cycle thermique, on chauffe les échantillons (10) de sorte que leur température soit supérieure à 1100°C au moins durant un palier à haute température de l'étape de chauffage.

4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que, à chaque cycle thermique, on chauffe les échantillons (10) à une vitesse de chauffage supérieure à 300°C/min.

5/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, à chaque cycle thermique, on refroidit les échantillons (10) à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C/min.

6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on soumet les échantillons (10) à des cycles thermiques comprenant chacun une étape de chauffage constituée d'une phase de montée en température d'une durée inférieure à 5 minutes et d'un palier à haute température d'une durée de l'ordre de 5 60 minutes, et une étape de refroidissement constituée d'une phase de descente en température d'une durée inférieure à 10 minutes et d'un palier à basse température d'une durée comprise entre 0 et 15 minutes.

7/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'on soumet les échantillons (10) à un nombre de cycles thermiques successifs 10 compris entre 10 et 3000.

8/ Dispositif de test, par thermogravimétrie, du comportement d'un matériau solide en présence d'une atmosphère gazeuse contrôlée, comprenant :

- un four (4) à atmosphère gazeuse contrôlée,
 - des moyens de pesée (6) du matériau placé dans le four, 15 présentant une erreur inférieure à 100 µg,
 - des moyens de confinement (7, 8, 34) adaptés pour limiter les éventuelles perturbations subies par les moyens de pesée du fait de l'environnement extérieur au dispositif et/ou de l'atmosphère gazeuse contrôlée,
- 20 caractérisé en ce que :

- le four (4) est adapté pour recevoir un nombre N strictement supérieur à 1 d'échantillons (10) du matériau,
- le four comprend des moyens (11) de chauffage direct des échantillons, aptes à soumettre les échantillons à des cycles thermiques successifs 25 prédéterminés comprenant chacun une étape de chauffage, durant laquelle les échantillons sont chauffés, et une étape de refroidissement, durant laquelle les échantillons ne sont pas chauffés, les moyens de chauffage étant aptes à imposer des paliers à haute température durant les étapes de chauffages,
- les moyens de pesée comprennent N balances (38) 30 indépendantes d'erreur inférieure à 100 µg, chaque balance étant apte à mesurer et

enregistrer le poids d'un échantillon en continu au moins durant un palier à haute température de l'étape de chauffage de chaque cycle thermique,

5 - le dispositif présente une architecture globale en étoile, dans laquelle au moins les balances sont disposées en étoile, laquelle architecture en étoile est adaptée pour recevoir les échantillons à proximité les uns des autres en une partie centrale du four.

9/ Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à porter les échantillons à une température supérieure à 1100°C.

10 10/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 9, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à chauffer les échantillons à une vitesse de chauffage supérieure à 300°C/min.

11/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à refroidir les échantillons à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C/min.

15 12/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à réaliser des cycles thermiques comprenant chacun une étape de chauffage constituée d'une phase de montée en température d'une durée inférieure à 5 minutes et d'un palier à haute température d'une durée de l'ordre de 60 minutes, et une étape de refroidissement constituée d'une phase de descente en température d'une durée inférieure à 10 minutes et d'un palier à basse température d'une durée comprise entre 0 et 15 minutes.

13/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 12, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à réaliser plus de 25 3000 cycles thermiques successifs.

14/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 13, caractérisé en ce que le four comprend au moins N lampes (11) à fort rayonnement, une chambre (9) de réception des échantillons en une matière thermique résistante transparente aux rayonnements des lampes, et une face interne (12) périphérique 30 réflective ayant une forme adaptée pour définir au moins N zones distinctes

d'éclairement maximal à l'intérieur de la chambre, à l'emplacement desquelles peuvent être placés les échantillons.

15/ Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que la face interne périphérique (12) du four forme au moins N portions d'ellipses agencées en étoile, chaque ellipse ayant un premier foyer (13) extérieur à la chambre (9), dit foyer émissif, à l'emplacement duquel est agencée une lampe, et un second foyer (14) intérieur à la chambre, dit foyer réceptif, à l'emplacement duquel peut être placé un échantillon, au moins N desdites ellipses présentant des foyers réceptifs distincts.

16/ Dispositif selon les revendications 8 et 15, caractérisé en ce que la chambre (9) et les foyers réceptifs (14) sont situés en partie centrale du four et les foyers émissifs (13) sont situés en partie périphérique du four, et en ce que la chambre (9) présente des dimensions radiales réduites.

17/ Dispositif selon les revendications 8 à 16, caractérisé en ce que chaque balance (38) présente une erreur inférieure à 10 μg .

18/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 17, caractérisé en ce que chaque balance (38) présente une dérive inférieure à 1 $\mu\text{g/h}$.

19/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 18, caractérisé en ce que les balances (38) sont montées sur un même plateau support (3).

20/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 19, caractérisé en ce que les balances (38) sont agencées au-dessus du four et comprennent chacune un fléau (39), des moyens (40) de mesure d'un déplacement ou d'une force subi(e) par le fléau, et une tige de suspension (41) en alumine qui s'étend sensiblement verticalement et présente une extrémité inférieure munie d'un crochet (49) pour l'accrochage d'un échantillon (10) et une extrémité supérieure articulée ou fixée à une extrémité longitudinale (45) du fléau, dite extrémité de mesure.

21/ Dispositif selon les revendications 8 et 20, caractérisé en ce que les fléaux (39) des N balances sont disposés en étoile, chaque fléau s'étendant sensiblement selon une direction radiale de sorte que son extrémité de mesure (45) surplombe la partie centrale du four.

22/ Dispositif selon l'une des revendications 20 ou 21, caractérisé en ce que les tiges de suspension (41) sont du type capillaire à deux canaux pour permettre le passage de fils thermocouples (48).

5 23/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 21, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (60) de support d'au moins un morceau de matériau (57), dit témoin, adaptés pour maintenir le témoin à proximité immédiate d'un échantillon (10) et dotés de moyens (58) de mesure de la température à l'intérieur du témoin.

10 24/ Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (60) de support de N témoins, adaptés pour maintenir un témoin en dessous de chaque échantillon, sur son foyer réceptif, et dotés de moyens (58), du type fils thermocouples aboutissant à l'intérieur du témoin, de mesure indépendante de la température de chacun des témoins.

15 25/ Dispositif selon l'une des revendications 20 à 24, caractérisé en ce que les moyens de mesure d'au moins une balance comprennent une cellule de pesée (40) électronique sur laquelle est fixé le fléau (39).

20 26/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 25, caractérisé en ce que le four (4) est monté coulissant selon une direction sensiblement verticale entre une position basse de préparation, dans laquelle il est situé en dessous de l'extrémité inférieure des tiges de suspension (41) en vue de permettre l'accrochage et/ou le retrait des échantillons, et une position haute de test, dans laquelle l'extrémité inférieure des tiges de suspension (41) s'étend à l'intérieur de la chambre (9) du four.

25 27/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 26, caractérisé en ce que les moyens de confinement comprennent une cloche supérieure (8) de protection adaptée pour coiffer l'ensemble des balances (38) et pour être fixée de façon amovible et hermétique sur le plateau support (3).

30 28/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 27, caractérisé en ce que les moyens de confinement (7) comprennent une colonne de confinement entre le plateau support (3) et le four (4), adaptée pour réaliser, d'une part, un raccordement hermétique et amovible, permettant le passage et le confinement des

tiges de suspension, entre le plateau support et la chambre du four, et, d'autre part, un raccordement hermétique, au moyen de branchements (29, 31), à des moyens de génération de l'atmosphère gazeuse contrôlée.

- 29/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 28, caractérisé en ce que les moyens de génération de l'atmosphère contrôlée comprennent, d'une part, une pompe à vide et un conduit (28) d'arrivée de gaz raccordés chacun à un branchement (29) de la colonne de confinement, et, d'autre part, un conduit (27) de sortie de gaz s'ouvrant sur une face inférieure de la chambre (9) du four.

- 30/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 29, caractérisé en ce que les moyens de confinement comprennent des moyens (34, 36, 37) de limitation des échanges gazeux et des échanges thermiques entre le four et les moyens de pesée, lesdits moyens de limitation comprenant une pluralité de plateaux (34) superposés et distants, intégrés dans la colonne de confinement (7) au-dessus des branchements de celle-ci, qui délimitent une pluralité de chambres (55) de refroidissement successives, chaque plateau étant percé de N lumières (35) pour le passage des tiges de suspension.

31/ Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que chaque plateau (34) présente des faces faiblement émissives.

- 32/ Dispositif selon les revendications 20 et 27, caractérisé en ce que chaque balance comprend un contrepoids permanent (56) fixé à une extrémité longitudinale (44) du fléau, dite extrémité de calibrage, de façon à être suspendu à l'intérieur de la cloche de protection (8).

- 33/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 32, caractérisé en ce que le four (4) comprend des moyens de régulation en température du type PID.

34/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 33, caractérisé en ce que le four comprend des moyens de régulation en température adaptés pour contrôler indépendamment chaque lampe (11).